

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平9-506683

(13) 公表日 平成9年(1997)6月30日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I
D 2 1 H 19/10		7633-3B	D 2 1 H 1/34 A
A 4 7 K 7/00		2107-2D	A 4 7 K 7/00 B
10/18		2107-2D	10/16 Z

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 36 頁)

(21) 出願番号 特願平7-516784
 (86) (22) 出願日 平成6年(1994)11月30日
 (85) 翻訳文提出日 平成8年(1996)6月13日
 (86) 国際出願番号 PCT/US94/13675
 (87) 国際公開番号 WO95/16823
 (87) 国際公開日 平成7年(1995)6月22日
 (31) 優先権主張番号 08/165, 768
 (32) 優先日 1993年12月13日
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

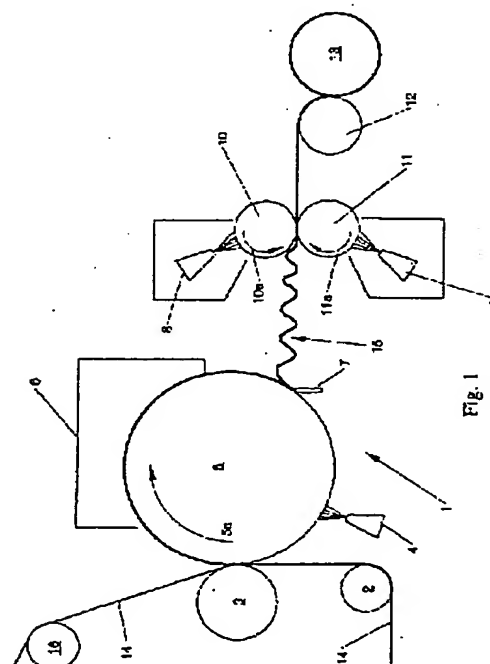
(71) 出願人 ザ、プロクター、エンド、ギャンブル、カンパニー
 アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、
 ワシ、プロクター、エンド、ギャンブル、
 ブラザ (番地なし)
 (72) 発明者 マッカー、ラリー ネイル
 アメリカ合衆国オハイオ州、フェアフィ
 ールド、クレストビュー、アベニュー、5856
 (72) 発明者 フアーレシュティコー、サイード
 アメリカ合衆国オハイオ州、フェアフィ
 ールド、ウインダムニア、レイン、5872
 (74) 代理人 弁理士 佐藤 一雄 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 生物分解性のポリヒドロキシ脂肪酸アミド柔軟剤系で処理されたティッシュペーパー

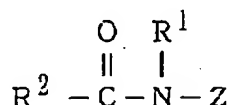
(57) 【要約】

生物分解性であるある種のポリヒドロキシ脂肪酸アミド柔軟剤系で処理することにより、増強された触覚上の柔軟性を有するティッシュペーパー、特にパターン高密度化ティッシュペーパーを開示する。ポリヒドロキシ脂肪酸アミドは式(I)を有し、式中、 R^1 はH、 C_1-C_{10} ヒドロカルビル、2-ヒドロキシエチル、2-ヒドロキシプロピル、メトキシエチル、メトキシプロピルまたはそれらの混合物であり、 R^2 は C_6-C_{11} ヒドロカルビル基であり、そしてZは鎖に直接結合した少なくとも3つのヒドロキシルをもつ線状ヒドロカルビル鎖を有するポリヒドロキシヒドロカルビル残基である。



【特許請求の範囲】

1. 0.1～3%、好ましくは0.1～0.8%の下記式を有するポリヒドロキシ脂肪酸アミドを含んでなる柔軟剤系により処理されてなることを特徴とする、柔軟化されたティッシュペーパー。



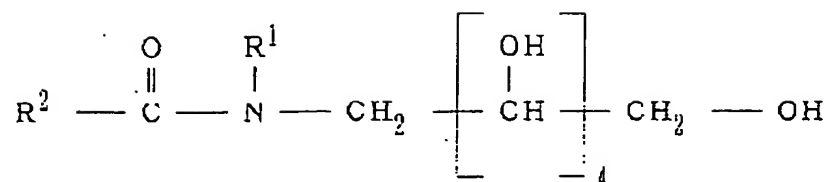
(式中、 R^1 はH、 $\text{C}_1 - \text{C}_6$ ヒドロカルビル、2-ヒドロキシエチル、2-ヒドロキシプロピル、メトキシエチル、メトキシプロピルまたはそれらの混合物であり、 R^2 は $\text{C}_3 - \text{C}_{31}$ ヒドロカルビル基であり、そしてZは鎖に直接結合した少なくとも3つのヒドロキシルをもつ線状ヒドロカルビル鎖を有するポリヒドロキシヒドロカルビル残基である)

2. $10 \text{ g/m}^2 \sim 65 \text{ g/m}^2$ 、好ましくは 40 g/m^2 またはそれより小さな基本重量、および 0.6 g/cc またはそれより小さな、好ましくは 0.3 g/cc またはそれより小さな密度を有する、請求項1記載のパターン高密度化ティッシュペーパー。

3. 前記柔軟剤系が前記紙の少なくとも1つの表面に柔軟剤の液体粒子のパターンとして適用されていることを特徴とする、請求項1または2に記載のペーパー。

4. R^1 がN-メチル、N-エチル、N-プロピル、N-イソプロピル、N-ブチル、N-2-ヒドロキシエチル、N-メトキシプロピルまたはN-2-ヒドロキシプロピルであり、 R^2 が直鎖状 $\text{C}_{11} - \text{C}_{17}$ アルキルまたはアルケニル、またはそれらの混合物であり、そしてZがグリシナルである、請求項1～3いずれか一項に記載のペーパー。

5. 前記ポリヒドロキシ脂肪酸アミドが下記式



式中、 R^1 はメチルまたはメトキシプロピルであり、 R^2 は C_{11} — C_{17} 直鎖状アルキルまたはアルケニルであり、前記ポリヒドロキシ脂肪酸アミドが好ましくはN—ラウリル—N—メチルグルカミド、N—ラウリル—N—メトキシプロピルグルカミド、N—ココイル—N—メチルグルカミド、N—ココイル—N—メトキシプロピルグルカミド、N—パルミチル—N—メチルグルカミド、N—パルミチル—N—メトキシプロピルグルカミド、N—オレイル—N—メチルグルカミド、N—オレイル—N—メトキシプロピルグルカミド、N—タロイル—N—メチルグルカミド、N—タロイル—N—メトキシプロピルグルカミド、およびそれらの混合物からなる群より選択される、最も好ましくはパルミチル—N—メチルグルカミド、N—パルミチル—N—メトキシプロピルグルカミド、N—オレイル—N—メチルグルカミド、N—オレイル—N—メトキシプロピルグルカミド、およびそれらの混合物からなる群より選択されることを特徴とする、請求項1～4いずれか一項に記載のペーパー。

6. 前記柔軟剤系が、さらに、ポリヒドロキシ脂肪酸アミド／エトキシ化アルコールの重量比が1：1～10：1、好ましくは3：1～6：1である、約8～約22の炭素原子および約1～約25モルのエチレンオキシドを有するエトキシ化アルコールを含んでなり、前記エトキシ化アルコールは好ましくは約11～約15の炭素原子および約3～約15モルのエチレンオキシドを有することを特徴とする、請求項5に記載のペーパー。

【発明の詳細な説明】

生物分解性のポリヒドロキシ脂肪酸アミド柔軟剤系で処理されたティッシュペーパー

技術分野

この出願は、増強された触覚上の柔軟性を有するティッシュペーパー、特にパターン高密化ティッシュペーパーに関する。この出願は、特に、生物分解性のある種のポリヒドロキシ脂肪酸アミド柔軟剤で処理されたティッシュペーパーに関する。

発明の背景

紙のウェブまたはシートは、時にはティッシュまたは紙ティッシュと呼ばれ、現代社会において広範な用途を有する。これらは、紙タオル、顔に使うティッシュおよび衛生（またはトイレ）用ティッシュを包含する。これらの紙製品は、湿式および乾式引張強さ、水性流体の吸収性（例えば、湿潤性）、低いリント性、所望の嵩および柔軟性を含む、種々の所望の性質を有することができる。製紙における問題は、これらの種々の性質をバランスさせたすぐれたティッシュペーパーを提供することであった。

柔軟性は、タオル製品について多少望ましいが、顔に使うティッシュおよびトイレ用ティッシュについて特に重要である。ある紙製品を持ち、皮膚を横断してそれをこすり、そしてそれを手の中でもんでくしゃくしゃにすると、柔軟性は消費者が感ずる触質性感覚である。このような触質性知覚可能な柔軟性は、摩擦、柔軟性、および平滑性、ならびに主観的性状、例えば、バルベツト、絹またはフランネルに似た風合い、により特徴づけられるが、これらに限定されない。この触質性感覚は、紙のシートの物理的性質、例えば、柔軟性または剛性、の組

み合わせ、ならびに紙の表面の手ざわりである。

紙の剛性は典型的にはウェブの乾式および／または湿式引張強さを増加する努力により影響を受ける。乾式引張強さの増加は、隣接する紙繊維のヒドロキシル基の間の水素結合の適切な形成を保証する機械的方法によるか、または紙繊維上

に容易に堆積されかつ前記繊維のアニオン性カルボキシル基により保持される、典型的にはカチオン性である、ある種の湿式強度樹脂を含ませることにより、達成することができる。しかしながら、乾式引張強さおよび湿式引張強さを改良するために機械的手段および化学的手段の双方の使用は、また、より剛性の、より粗い風合いの、柔軟性に欠けるティッシュペーパーを生じさせることになる。

通常脱結合剤と呼ぶ、ある種の化学的添加剤を紙繊維に添加することにより、シートの形成および乾燥の間に起こり、天然の繊維／繊維の結合を妨害することができ、これにより柔軟な紙を得る。これらの脱結合剤は、典型的にはカチオン性であり、そしてティッシュペーパーの柔軟化におけるそれらの使用において、ある種の欠点を有する。ある低分子量のカチオン性脱結合剤は、人間の皮膚と接触したとき、過度の刺激を引き起こすことがある。高分子量のカチオン性脱結合剤は、少ない量でティッシュペーパーに用いることがいっそう困難でありそして、また、ティッシュペーパーに対して望ましくない疎水性作用を有する傾向がある、例えば、吸水性、特に湿潤性を減少させる傾向がある。これらのカチオン性脱結合剤は、繊維間の結合を崩壊することによって働くことから、適切なレベルの引張強さを得るために、樹脂、ラテックス、または他の乾式強度添加剤が必要とされうる程度に、引張強さを減少させることがある。これらの乾式強度添加剤はティッシュペーパーの原価を増加するばかりでなく、またティッシュの柔軟性に対して他の有害な作用を有することがある。さらに、多数のカチオン性脱結合剤は生物分解性ではなく、したがって環境的特質に対する悪い影響を与えることがある。

機械的圧縮作業は、典型的には、ティッシュペーパーを脱水しおよび／またはティッシュペーパーの引張強さを増加するために、ティッシュペーパーに適用される。機械的圧縮は、例えば、普通のフルート圧縮紙の場合におけるように、紙ウェブの全体の区域にわたって実施することができる。より好ましくは、脱水は紙がパターン高密度化されるような方法により実施される。パターン高密度化紙は、比較的高い繊維密度の高密度区域、および比較的低い繊維密度の高い嵩の区域を有する。このような高い嵩のパターン高密度化紙は、典型的には、ナックルのパタ

ーン化変位を有する有孔布帛により付与された高密度化区域を有する、部分的に乾燥した紙ウェブから形成される。参照、例えば、米国特許第3,301,746号(Sanford et al.)、1967年1月31日発行；米国特許第3,994,771号(Morgan et al.)、1976年11月30日発行；および米国特許第4,529,480号(Trokhon)、1985年7月16日発行。

引張強さおよび嵩の他に、このようなパターン高密度化法の他の利点は、飾りパターンをティッシュペーパー上にインプリントすることができることである。しかしながら、パターン高密度化法の固有の問題は、ティッシュペーパーの布帛側、すなわち、製紙の間に有孔布帛と接触する紙表面が、布帛と接触しない側より粗く感じるということである。これは、本質的に、紙表面から外方への突起を形成する、高い嵩の領域のためである。粗さの触質性感覚を付与するのはこれらの突起である。

これらの圧縮され、部分的にパターン高密度化されたティッシュペーパーの柔軟性は、種々の物質、例えば、植物、動物または合成の炭化水素油、特に典型的にはシリコン油と呼ばれるポリシロキサン材料により付与することができる。参照、米国特許第4,959,125号(Spendel)、1990年9月25日発行、の第1カラム、第30～45行。しかしながら、あるシリコン油は疎

水性であり、そして処理されたティッシュペーパーの表面の湿潤性に悪影響を及ぼすことがある。すなわち、処理されたティッシュペーパーは浮遊することがあり、よって、水を流したとき、下水管系における廃棄の問題を引き起こすことがある。事実、あるシリコン柔軟化紙は、シリコンにより引き起こされる湿潤性の減少を相殺するために、他の界面活性剤による処理を必要とすることがある。参照、米国特許第5,059,282号(Ampulski et al.)、1991年10月22日発行。

シリコンの外に、ティッシュペーパーは柔軟性を増強するためにカチオン性、ならびに非カチオン性の界面活性剤で処理されてきている。参照、例えば、米国特許第4,959,125号(Spendel)、1990年9月25日発行

：および米国特許第4, 940, 513号 (Spendel)、1990年7月10日発行、これらはティッシュペーパーを非カチオン性の、好ましくは非イオン性の、界面活性剤で処理することによって、ティッシュペーパーの柔軟性を増強する方法を開示している。米国特許第4, 959, 125号は、湿った紙ウェブに非カチオン性界面活性剤を添加することによって、より大きな柔軟性という利点を得ることができるとを教示している；米国特許第4, 940, 513号は、また、湿ったウェブへの非カチオン性界面活性剤の添加を開示している。「湿ったウェブ」の添加法において、米国特許第4, 959, 125号および同第4, 940, 513号において教示されているような非カチオン性界面活性剤は、紙ウェブの内部に移動し、繊維を完全にコーティングすることがある。これは、紙の引張強さを減少させる繊維の脱結合を含む、種々の問題を引き起こし、更に、非カチオン性界面活性剤が疎水性であるか、または非常に親水性でない場合、紙の湿潤性に悪影響を及ぼすことがある。

ティッシュペーパーは、また、「乾式ウェブ」の添加法により柔軟剤で処理されてきている。1つのこのような方法は、ワックス様柔軟剤の造形ブロックの1

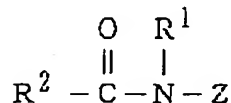
つの面において乾燥紙を動かし、次いでこすり作用により紙上に前記柔軟剤を堆積させることを含む。参照、米国特許第3, 305, 392号 (Britt)、1967年2月21日発行（柔軟剤は、ステアリン酸石鹸、例えば、Carbowax、およびステアリン酸およびラウリン酸のポリエチレングリコールエステルを包含する）。他のこのような方法は、柔軟剤を含有する溶液または乳濁液の中に乾燥紙を浸漬することを含む。参照、米国特許第3, 296, 065号 (O'Brien et al.)、1967年1月3日発行（柔軟剤としてある種の脂肪族または芳香族カルボン酸の脂肪族エステル）。これら従前の「乾式ウェブ」添加法の潜在的問題は、有効性が低く、またはティッシュペーパーの吸収性に潜在的に影響を与える方法により、柔軟剤を適用することである。事実、米国特許第3, 305, 392号は、柔軟剤の移動を回避するために、ある種のカチオン性物質を使用することが望ましい変法として教示している。こすり作用によるか、または紙の浸漬による柔軟剤の適用は、また、高速度で作業する商業的製

紙システムに適応させることが困難であろう。さらに、これら従前の「乾式ウェブ」法において有用であると教示されている柔軟剤のあるもの（例えば、米国特許第3,296,065号のピロメリテートエステル）、ならびに補助添加剤（例えば、米国特許第532号のジメチルジステアリルアンモニウムクロライド）は、生物分解性ではない。

したがって、（１）柔軟剤を添加する「湿った末端（wet end）」、「湿ったウェブ」および／または「乾式ウェブ」の方法を使用することができる；（２）機械的操作性を有意に損なわないで、商業的製紙システムにおいて実施することができる；（３）無毒でありかつ生物分解性である柔軟剤を使用する；そして（４）ティッシュペーパーの望ましい引張強さ、吸収性および低いリント特性を維持するような方法で実施することができる方法により、ティッシュペーパー、特に高い嵩の、パターン高密化ティッシュペーパーを柔軟化することができることが望ましいであろう。

発明の概要

本発明は、その少なくとも一方の表面上に、ある種の柔軟剤系を有する柔軟化ティッシュペーパーに関する。これらの柔軟剤系は、下記式を有するポリヒドロキシ脂肪酸アミドを含んでなる：



式中、 R^1 は H 、 $\text{C}_1 - \text{C}_6$ ヒドロカルビル、2-ヒドロキシエチル、2-ヒドロキシプロピル、メトキシエチル、メトキシプロピルまたはそれらの混合物であり、 R^2 は $\text{C}_5 - \text{C}_{31}$ ヒドロカルビル基であり、そして Z は鎖に直接結合した少なくとも3つのヒドロキシルをもつ線状ヒドロカルビル鎖を有するポリヒドロキシヒドロカルビル残基である。ポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系は、乾燥したティッシュペーパーの0.1～3重量%の量で存在する。

本発明は、さらに、これらの柔軟化ティッシュペーパーを製造する方法に関する。この方法は、ポリヒドロキシ脂肪酸アミドを含んでなる柔軟剤系でティッシ

紙ペーパーのウェブを処理する工程を含んでなる。本発明の方法は、「湿った末端」、「湿ったウェブ」、または「乾式ウェブ」の添加方法であることができる。この方法は、ティッシュペーパーのウェブを約0.1～約0.3%のポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系で処理するような方法で実施される。

本発明に従い柔軟化されたティッシュペーパーは、柔らかい、ベルベット様触感を有する。パターン化デザインを有するティッシュペーパーを包含する、高い嵩の、パターン高密化ティッシュペーパーを柔軟化するために特に有用である。驚くべきことには、柔軟剤をこのようなパターン高密化紙の平滑な（すなわち、長網）側にのみ適用したときでさえ、処理された紙はなお柔らかいと知覚される。本発明において使用するポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系は、また、特にティッシュペ

ーパーの処理に使用されてきている従前の柔軟剤に比較して、環境的安全性（すなわち、無毒および生物分解性）および原価において利点を有する。本発明の改良された柔軟剤の利点は、また、紙の引張強さ、吸収性（例えば、湿潤性）および低いリント特性を維持しながら、達成することができる。

本発明による方法は、また、速度という点を含む、機械の操作性に有意に影響を与えないで、商業的製紙システムにおいて実施することができる。そのうえ、本発明において使用するポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系のあるもの（例えば、 R^2 が C_{15} – C_{17} アルキルまたはアルケニル基であるポリヒドロキシ脂肪酸アミド）の特定の利点は、それらを「湿ったウェブ」および「乾式ウェブ」法によるばかりでなく、かつまた「湿った末端」法によりティッシュペーパーに適用できるということである。驚くべきことには、これらのポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系を製紙の間に堆積するとき、それらが紙繊維に対して直接染色性であることが発見された。「湿式添加」が実施できるということは本発明の方法をいっそう簡単するばかりでなく、かつまた引張強さの利点およびティッシュペーパーのウェブに付与される柔軟特性における所望の差位を提供することができる。

図面の簡単な説明

図面は、本発明に従いティッシュのウェブを柔軟化する方法の一つの態様を
図解する模式図示である。

発明の具体的説明

A. ティッシュペーパー

本発明は、一般に、下記のことを包含するが、これらに限定されないティッシュ
ペーパーについて有用である：普通にフルト圧縮されたティッシュペーパー
：高い嵩のパターン高密化ティッシュペーパー；および高い嵩の非圧縮ティッシ
ュペーパー。ティッシュペーパーは均質なまたは多層の構成物であることができ
、そしてそれらから製造されたティッシュペーパー製品は単一重ね(single-ply)
または多

重(multi-ply)の構成物であることができる。ティッシュペーパーは好ましくは
約 10 g/m^2 ～約 65 g/m^2 の基本重量、および約 0.6 g/cc またはそれ
より低い密度を有する。より好ましくは、基本重量は約 40 g/m^2 またはそれ
より低く、そして密度は約 0.3 g/cc またはそれより低い。最も好ましくは
、密度は約 0.04 g/cc ～約 0.2 g/cc であろう。参照、米国特許第5
、059、282号(Ampulski et al.)、1991年10月2
2日発行、の第13カラム、第61～67行、これはティッシュペーパーの密度
の測定方法を記載している。(特記しない限り、紙に関するすべての量および重
量は乾燥基準である。)

従来、圧縮ティッシュペーパーおよびこのような紙の製造方法はこの分野にお
いてよく知られている。このような紙は、典型的には、有孔成形長網(しばしば
この分野においてフォードリニエ長網と呼ばれる)上に製紙用仕上げ材を堆積す
ることによって作られる。いったん仕上げ材が成形長網上に堆積されると、それ
はウェブと呼ばれる。このウェブはそれを圧縮しそして高温において乾燥するこ
とによって脱水される。この方法に従うウェブを製造する特定の技術および典型
的な装置は、この分野においてよく知られている。典型的な方法において、低コ
ンシステンシーのパルプ仕上げ材は加圧ヘッドボックスから供給される。ヘッド
ボックスはフォードリニエ長網上にパルプ仕上げ材の薄い堆積を送出して湿潤ウ

ウェブを形成する開口部を有する。次いで、ウェブを典型的には真空脱水により約7%～約25%（合計のウェブ重量基準）の繊維のコンシステンシーに脱水し、そしてさらに圧縮作業により乾燥し、ここでウェブを機械的部材、例えば、シリンダー状ロールにより発生した圧力にさらす。次いで、脱水したウェブをさらに圧縮し、次いでヤンキードライヤー（Yankee dryer）としてこの分野において知られている水蒸気ドラムにより乾燥する。圧力はヤンキードライヤーにおいて機械的手段、例えば、ウェブに対してプレスされた対向するシリンダー状ドラムにより発生させることが

できる。多数のヤンキードライヤーを使用することができ、これにより追加の圧縮を必要に応じてドラムの間に付与する。形成されるティッシュペーパー構造物を、以後通常のプレスされたティッシュペーパー構造物と呼ぶ。このようなシートは圧縮されるいると考えられる。なぜなら、繊維が湿っている間に全体のウェブは実質的な機械的圧縮力にさらされ、次いで圧縮された状態で乾燥されるからである。

パターン高密化ティッシュペーパーは比較的低い繊維密度の比較的高い嵩の領域と、比較的高い繊維密度の高密化部分の配列により特徴づけられる。また、高い嵩の領域はピロー領域と呼ばれる。また、高密化部分はナックル(Knuckle)領域と呼ばれる。高密化部分は高い嵩の領域内に離散して間隔を置いて位置することができるか、または高い嵩の領域内に、完全にまたは部分的に、相互に連続する。パターンは非装飾の立体配置で形成することができるか、またはティッシュペーパーにおいて一または二以上の装飾的デザインを提供するように形成することができる。パターン高密化ティッシュペーパーウェブを製造する好ましい方法は、米国特許第3,301,746号(Sanford et al.)、1967年1月31日発行；米国特許第3,974,025号(Ayers)、1976年8月10日発行；および米国特許第4,191,609号(Trokhann)、1980年3月4日発行、および米国特許第4,637,859号(Trokhann)、1987年1月20日発行に記載されており、それらのすべては引用することによって本明細書の開示の一部とされる。

一般に、パターン高密化ウェブは好ましくは有孔成形長網、例えば、フォードリニコ長網上に製紙用仕上げ材を堆積し、次いで支持体の配列に対してウェブを並列することによって製造される。ウェブを支持体の配列に対してプレスし、これにより支持体の配列と湿ったウェブとの間の接触点に位置的に対応する位置においてウェブの中に高密化部分を生成する。この作業の間に圧縮されなかったウェブの残部を、高い嵩の領域と呼ぶ。高い嵩の領域は、さらに、流体圧を、例えば真空型装置

またはブロー・スルー・ドライヤーで加えるか、または支持体の配列に対してウェブを機械的にプレスすることによって、さらに高密化することができる。ウェブを脱水し、そして必要に応じて、高い嵩の領域の圧縮を実質的に回避ような方法で、予備乾燥する。これは好ましくは流体圧、例えば真空型装置またはブロー・スルー・ドライヤーによるか、または高い嵩の領域が圧縮されない支持体の配列に対してウェブを機械的にプレスすることによって達成される。脱水、任意の予備乾燥および高密化部分の形成の作業は、同時または部分的に同時に実施して、処理工程の合計の数を減少させることができる。高密化部分の形成、脱水、および任意の予備乾燥に引き続いて、ウェブを完全に乾燥し、好ましくは機械的処理をなお回避する。好ましくは、ティッシュペーパーの表面の約8%~約55%は高い嵩の領域の密度の少なくとも125%の相対密度を有する高密化ナックル(densified knuckle)を含んでなる。

支持体の配列は、好ましくは、圧力を加えるとき高密化部分の形成を促進する支持体の配列として作動する、ナックルのパターン化変位を有するインプリンティングキャリア布帛である。ナックルのパターンは前述の支持体の配列を構成する。インプリンティングキャリア布帛は、米国特許第3,301,746号(Sanford et al.)、1967年1月31日発行；米国特許第3,821,068号(Salvucci et al.)、1974年5月21日発行；米国特許第3,974,025号(Ayers)、1976年8月10日発行；米国特許第3,573,164号(Friedberg et al.)、1971年3月30日発行；米国特許第3,473,576号(Amnieu

s)、1969年10月21日発行；米国特許第4, 239, 065号(Trokh an)、1980年12月16日発行、および米国特許第4, 528, 239号(Trokh an)、1985年7月9日発行に記載されており、それらのすべては引用することによって本明細書の開示の一部とされる。

好ましくは、仕上げ材をまず有孔形長キャリアー、例えば、フォードリニエ長網、上の湿ったウェブに成形する。ウェブを脱水し、そしてインプリンティング布帛に移す。別法として、仕上げ材は、また、インプリンティング布帛として働く有孔支持キャリアー上に最初に堆積することができる。湿ったウェブは、いったん形成されると、脱水し、好ましくは、約40%～約80%の選択した繊維のコンシステンシーに熱的に予備乾燥する。脱水は好ましくは吸引ボックスまたは他の真空装置で、またはブロー・スルー・ドライヤーにより実施される。インプリンティング布帛のナックルインプリントは、前述したように、ウェブを完全に乾燥する前に、ウェブの中にインプレスされる。これを達成する1つの方法は、機械的圧力の適用による。これは、例えば、インプリンティング布帛を支持するニップロールを乾燥ドラム、例えば、ヤンキードライヤー、の表面に対してプレスすることによって実施することができ、ここでウェブはニップロールと乾燥ドラムとの間に配置される。また、好ましくは、流体圧を真空装置、例えば、吸引ボックス、またはブロー・スルー・ドライヤーで加えることによって、完全に乾燥する前に、ウェブをインプリンティング布帛に対して成形する。流体圧を初期の脱水の間に、別々の、引き続く段階において、またはそれらの組み合わせにおいて、加えて、高密化ゾーンのインプレスを誘発することができる。

未圧縮の、非パターン化、高密化ティッシュペーパー構造物は、米国特許第3, 812, 000号(Salvucci et al.)、1974年5月21日発行および米国特許第4, 208, 459号(Becker et al.)、1980年6月17日発行(それらの双方は引用することによって本明細書の一部とされる)に記載されている。一般に、未圧縮の、非パターン化、高密化ティッシュペーパー構造物は、製紙用仕上げ材を有孔成形長網、例えば、フォードリニエ長網上に堆積して湿ったウェブを形成し、ウェブを排液し、そしてウェブ

が少なくとも約80%の繊維のコンシステンシーを有するまで、機械的圧縮なしに追加の水を除去

し、そしてウェブをクレープすることによって製造される。真空脱水および熱乾燥により、水をウェブから除去する。生ずる構造物は柔軟性であるが、比較的圧縮されなていない繊維の弱い、高い嵩のシートである。好ましくは、クリーピング前に結合剤をウェブの一部分に適用する。

圧縮された非パターン化高密度化構造物は、通常、普通のティッシュ構造物としてこの分野において知られている。一般に、圧縮された、非パターン化高密度ティッシュペーパー構造物は、製紙用仕上げ材を右孔成形長網、例えば、フエードリニエ長網上に堆積して湿ったウェブを形成し、ウェブを排液し、そしてウェブが少なくとも約25~50%のコンシステンシーを有するまで、均一な機械的圧縮（プレス）の助けにより追加の水を除去し、そしてウェブを熱的ドライヤー、例えば、ヤンキードライヤーに移し、そしてウェブをクレープすることによって製造される。全体的に、水は真空、機械的プレスおよび熱的手段によりウェブから除去される。生ずる構造物は強く、そして一般に単一の密度を有するが、非常に低い嵩、吸収性および柔軟性を有する。

本発明のために利用される製紙用繊維は、通常、木材パルプから誘導された繊維を含む。他のセルロースの繊維質パルプ繊維、例えば、綿リントー、バガスなどを利用することができ、そして本発明の範囲内に含まれる。合成繊維、例えば、レーヨン、ポリエチレンおよびポリプロピレンの繊維を、また、天然のセルロース繊維と組み合わせて利用することができる。利用できる1つの例示的ポリエチレン繊維は、ハーキュレス・インコーポレーテッド（デラウェア州ウィミントン）から入手可能であるPulplex（商品名）である。

適用可能な木材パルプは、化学パルプ、例えば、クラフトパルプ、亜硫酸パルプ、および硫酸塩パルプ、ならびに、機械的パルプ、例えば、碎木パルプ、熱機械的パルプおよび化学的に変性された熱機械的パルプを包含する。しかしながら、化学パルプは、それらから作られたティッシュシートによりすぐれた柔軟性の触質的感

質を付与するので好ましい。落葉樹（以後、また、「硬木」という）および針葉樹（以後、また、「軟材」という）の双方から誘導されたパルプを利用することができる。また、リサイクル紙から誘導された繊維は本発明において有用であり、これらの繊維は前述のカテゴリの任意のものまたはすべて、ならびに他の繊維質材料、例えば、本米の製紙を促進するために使用された充填材および接着剤を含有することができる。

製紙用繊維に加えて、ティッシュペーパー構造物の製造に使用される製紙用仕上げ材は、この分野において知られているか、または後に知られるようになることができる、それに添加された他の成分または材料を有することができる。望ましい添加剤の種類は、考えられるティッシュシート特定の最終用途に依存するであろう。例えば、トイレットペーパー、ペーパータオル、顔に使うティッシュおよび他の同様な製品のような製品において、高い湿式強度は望ましい属性である。したがって、「湿式強度」樹脂としてこの分野において知られている化学物質を製紙用仕上げ材に添加することはしばしば望ましい。

紙分野において利用される湿式強度樹脂の種類についての一般的論文は、TAPPI monograph series No. 29, Wet Strength in Paper and Paperboard, Technical Association of the Pulp and Paper Industry (New York) 1965)に記載されている。大部分の有用な湿式強度樹脂は、一般に、特性がカチオン性であった。ポリアミドエピクロロヒドリン樹脂は、特定の実用性を有することが見出された。このような樹脂の適当な種類は、米国特許第3,700,623号(Keim)、1972年10月24日発行および米国特許第3,772,076号(Keim)、1973年11月13日発行（それらの双方は引用することによって本明細書の一部とされる）に記載されている。有用なポリアミドエピクロロヒドリン樹脂の1つの商

業的入手先はハーキュレス・インコーポレーテッド（デラウェア州ウィミントン）であり、このような樹脂は商品名Kymeme 557Hで販売されている

。ポリアクリルアミドは、また、湿式強度樹脂として実用性を有することが見出された。これらの樹脂は米国特許第3,556,932号(Coscia et al.)、1971年1月19日発行および米国特許第3,556,933号(Williamset al.)、1971年1月19日発行(それらの双方は引用することによって本明細書の一部とされる)に記載されている。ポリアクリルアミド樹脂の1つの商業的源はアメリカン・サイアナミド(コネチカット州、スタンフォード)であり、このような樹脂は商品名Parez 631NCで販売されている。

本発明において使用できるなお他の水溶性カチオン性樹脂は、尿素ホルムアルデヒド樹脂およびメラミンホルムアルデヒド樹脂液である。これらの多官能性樹脂のいっそう普通の官能基は、窒素含有基、例えば、窒素に結合したアミノ基およびメチロール基である。ポリエチレンイミン型樹脂は、また、本発明において利用することができる。さらに、一時的湿式強度樹脂、例えば、Caldas 10(ジャパン・カーリット(Japan Carlit)製)およびCoBond 1000(ナショナル・スターチ・アンド・ケミカル・カンパニー(National Starch and Chemical Company))を本発明において使用することができる。化合物、例えば、前述の湿式強度樹脂および一時的湿式強度樹脂の添加は任意であり、そして本発明の実施において不必要であることを理解すべきである。

湿式強度添加剤に加えて、また、製紙用繊維の中に、この分野において知られているある種の乾式強度およびリントコントロール添加剤を含めることが望ましいことがある。これに関して、澱粉結合剤は特に適当であることが見出された。仕上げられたティッシュペーパー製品のけば立ち(linting)を減少させることに加えて、低いレベルの澱粉結合剤は、また、高いレベルの澱粉の添加から生ずることがある。

剛性を付与しないで、乾式引張強さの適度の改善を付与する。典型的には、澱粉結合剤は、ティッシュペーパーの約0.01~約2重量%、好ましくは約0.1

〜約1重量%のレベルでそれが保持されるような量で含まれる。

一般に、本発明のために適当な澱粉結合剤は、水溶性、および親水性により特徴づけられる。適当な澱粉結合剤の範囲を限定することを意図しないが、代表的な澱粉材料はコーンスターチおよびジャガイモ澱粉を包含し、工業的にアミオカ (amio ca) として知られているワックス状コーンスターチは特に好ましい。アミオカ澱粉は完全にアミロペクチンであるが、普通のコーンスターチはアミロペクチンおよびアミロースの双方を含有することにおいて、アミオカ澱粉は普通のコーンスターチと異なる。アミオカ澱粉の種々の独特の特性は、"Amio ca-The Starch From Waxy Corn", H. H. Schopmeyer, Food Industries, December 1945, pp. 106-108 (Vol. pp. 1476-1478) に記載されている。

澱粉結合剤は粒状または分散した形態であることができ、粒状形態は特に好ましい。澱粉結合剤は好ましくは粒体の膨潤を誘発するために十分に蒸煮される。より好ましくは、澱粉の粒体は、例えば、蒸煮により、澱粉粒体の分散直前の点まで膨潤される。このような高度に膨潤した澱粉粒体は「完全に蒸煮」されているといわれる。分散の条件は、一般に、澱粉粒体の大きさ、粒体の結晶化度、およびアミロースの存在量に依存して変化することができる。完全に蒸煮されたアミオカ澱粉は、澱粉粒体の約4%のコンシステンシーの水性スラリーを約190℃ (約88℃) に約30〜約40分間加熱することによって、製造することができる。使用できる他の例示的澱粉結合剤は、変性カチオン性澱粉、例えば、ナショナル・スターチ・アンド・ケミカル・カンパニー (ニュージャージー州ブリッジウォーター) から入手可能であり、湿式強度および/または乾式強度を増加するためのバルブ仕上げ添加

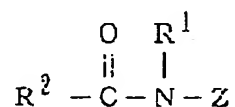
剤として従来使用されてきている、窒素に結合されたアミノ基およびメチロール基を包含する、窒素含有基を有するように変性されたものを包含する。

B. ポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系

本発明において使用するために適当なポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系

は生物分解性である。本明細書において、「生物分解性」とは、微生物によりある物質が二酸化炭素、水、バイオマス、および無機物質に完全に破壊されることをいう。生物分解性の可能性は、唯一の炭素およびエネルギー源として試験すべき物質および均質化活性化スラッジの上澄みから得られた希薄細菌接種材料を含有する培地からの二酸化炭素の発生および溶解有機炭素の除去を測定することによって、推定することができる。参照、Larson、"Estimation of Biodegradation Potential of Xenobiotic Organic Chemicals, Applied and Environmental Microbiology, Volume 38 (1979), pages 1153-61、これは生物分解性を推定する適当な方法を記載している。この方法を使用すると、ある物質が28日以内に70%より大の二酸化炭素の発生および90%より大の溶解有機炭素の除去を有する場合、その物質は容易に生物分解可能であるといわれる。本発明において使用される柔軟剤系は、このような生物分解能の基準を満足する。

本発明において使用するために適当なポリヒドロキシ脂肪酸アミドは、下記式を有する：



式中、 R^1 はH、 $\text{C}_1 - \text{C}_6$ ヒドロカルビル、2-ヒドロキシエチル、2-ヒドロキシプロピル、メトキシエチル、メトキシプロピルまたはそれらの混合物、好ましくは $\text{C}_1 - \text{C}_4$ アルキル、メトキシエチルまたはメトキシプロピル、より好

ましくは C_1 または C_2 アルキルまたはメトキシプロピル、最も好ましくは C_1 アルキル（すなわち、メチル）またはメトキシプロピルであり、 R^2 は $\text{C}_5 - \text{C}_{11}$ ヒドロカルビル基、好ましくは直鎖状 $\text{C}_7 - \text{C}_{19}$ アルキルまたはアルケニル、より好ましくは直鎖状 $\text{C}_9 - \text{C}_{17}$ アルキルまたはアルケニル、最も好ましくは直鎖状 $\text{C}_{11} - \text{C}_{17}$ アルキルまたはアルケニル、またはそれらの混合物であり、そしてZは鎖に直接結合した少なくとも3つのヒドロキシルをもつ線状ヒドロカルビル鎖

を有するポリヒドロキシヒドロカルビル残基である。参照、米国特許第5, 174, 927号、1992年12月29日発行（引用することによって本明細書の開示の一部とされる）これはこれらのポリヒドロキシ脂肪酸アミド、ならびにそれらの製造を開示している。

Z残基は好ましくは還元糖から還元アミン化反応においてから誘導体され、最も好ましくはグリシデルである。適当な還元糖は、グルコース、フルクトース、マルトース、ラクトース、ガラクトース、マンノース、およびキシロースを包含する。高いデキシトロースのトウモロコシシロップ、高いフルクトースのトウモロコシシロップ、および高いマルトースのトウモロコシシロップ、ならびに上に列挙した個々の糖を利用することができる。これらのトウモロコシシロップはZ残基のための糖成分の混合物を生ずることができる。

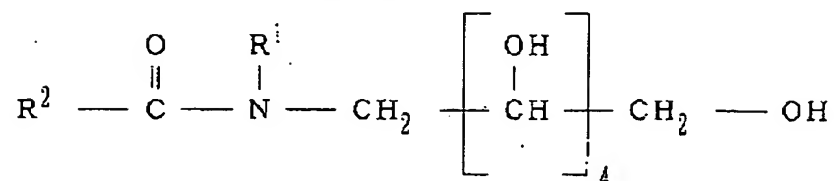
Z残基は好ましくは $\text{CH}_2 - (\text{CHOH})_n - \text{CH}_2\text{OH}$ 、 $-\text{CH}(\text{CH}_2\text{OH}) - [(\text{CHOH})_{n-1}] - \text{CH}_2\text{OH}$ 、 $-\text{CH}_2\text{OH} - \text{CH}_2(\text{CHOH})_2(\text{CHOR}^3)(\text{CHOH}) - \text{CH}_2\text{OH}$ から成る群より選択され、ここでnは3～5の整数であり、そして R^3 はHまたは環状または脂肪族の単糖である。最も好ましくはグリシデルであり、ここでnは4であり、特に $-\text{CH}_2 - (\text{CHOH})_4 - \text{CH}_2\text{OH}$ である。

上記式において、 R^1 は、例えば、N-メチル、N-エチル、N-プロピル、N-イソプロピル、N-ブチル、N-2-ヒドロキシエチル、N-メトキシプロ

ピルまたはN-2-ヒドロキシプロピルである。 R^2 は、例えば、ステアリルアミド、オレアミド、ラウラミド、ミリスタミド、カプリカミド、パルミタミド、ならびに混合脂肪酸源からのアミド、例えば、ヤシ油（ココアミド）、タロウ（タロウアミド）、パーム殻油、パーム油、ヒマワリ油、高オレイン酸ヒマワリ油、高エルカ酸ナタネ油、低エルカ酸ナタネ油（すなわち、カナラ油（canola oil））から誘導されたものを提供するように選択することができる。Z残

基は1-デオキシグリシデル、2-デオキシフルクタル、1-デオキシマルチデル、1-デオキシラクチデル、1-デオキシガラクトデル、1-デオキシマンニデル、1-デオキシマルトリオチデルなどであることができる。

最も好ましいポリヒドロキシ脂肪酸アミドは、下記式を有する：



式中、 R^1 はメチルまたはメトキシプロピルであり、 R^2 は C_{11} — C_{17} 直鎖状アルキルまたはアルケニルである。これらは、N—ラウリル—N—メチルグルカミド、N—ラウリル—N—メトキシプロピルグルカミド、N—ココイル—N—メチルグルカミド、N—ココイル—N—メトキシプロピルグルカミド、N—パルミチル—N—メチルグルカミド、N—パルミチル—N—メトキシプロピルグルカミド、N—オレオイル—N—メチルグルカミド、N—オレオイル—N—メトキシプロピルグルカミド、N—タコウイル—N—メチルグルカミド、またはN—タコウイル—N—メトキシプロピルグルカミドを包含する。 R^2 がパルミチルまたはタコウイルであるグルカミドは、「濡った末端」の添加方法において使用する柔軟剤系のために特に好ましい。

ポリヒドロキシ脂肪酸アミドの外に、本発明において使用する柔軟剤系はさらに他の成分を含んでなることができる。好ましい他の成分は、典型的には、ポリヒドロキシ脂肪酸アミドの溶融特性を変更するために添加される。例えば、より短いアルキル鎖長のポリヒドロキシ脂肪酸アミド（例えば、 R^2 はラウリルまたはココイル基である）、例えば、N—ラウリル—N—メトキシプロピルグルカミドまたはN—ココイル—N—メトキシプロピルグルカミドは、比較的高い融点を有する。これらに似たポリヒドロキシ脂肪酸アミドについて、通常、柔軟剤系の融点を低下することを促進する1または2以上の成分を含むことが望ましい。

柔軟剤系の融点を低下するために適当な添加剤は、脂肪族アルコールと約1～約25モルのエチレンオキシドとの縮合生成物を包含する。脂肪族アルコールのアルキル鎖は、典型的には、直鎖状（線状）の立体配置を有し、そして約8～約22個の炭素原子を含有する。約11～約15個の炭素原子を含有するアルキル基を有するアルコールと、約3～約15モル、好ましくは約3～約8モルのエチ

レンオキシド／モルのアルコールとの縮合生成物は特に好ましい。このようなエトキシ化アルコールの例は、ミリスチルアルコールと7モルのエチレンオキシド／モルのアルコールとの縮合生成物、ココナッツアルコール（10～14炭素原子の変化する長さのアルキル鎖を有する脂肪族アルコールの混合物）と約5モルのエチレンオキシドとの縮合生成物を包含する。多数の適当なエトキシ化アルコールは商業的に入手可能であり、これらは下記のものを包含する：

TERGITOL 15-S-9（ C_{11} — C_{15} 線状アルコールと9モルのエチレンオキシドとの縮合生成物）、ユニオン・カーバイド・コーポレーションから市販されている；KYROEOB（ C_{12} — C_{15} 線状アルコールと9モルのエチレンオキシドとの縮合生成物）、ザ・プロクター・アンド・ギャンブル・カンパニーから市販されている；および特にNEODOLの商品名の界面活性剤、シュル・ケミカル、カンパニーから市販されている、特にNEODOL 25-12（ C_{12} —

C_{15} 線状アルコールと12モルのエチレンオキシドとの縮合生成物）、NEODOL 23-6.5T（ C_{12} — C_{15} 線状アルコールと6.5モルのエチレンオキシドとの縮合生成物、ある種の不純物を除去するために蒸留（常圧蒸留）されている）、およびNEODOL 25-12（ C_{12} — C_{15} 線状アルコールと12モルのエチレンオキシドとの縮合生成物）。

本発明において使用するために特に好ましい柔軟剤系は、N-ジウリル-N-メトキシプロピルグルカミドまたはN-ココイル-N-メトキシプロピルグルカミド、およびエトキシ化 C_{11} — C_{15} アルコール、例えば、NEODOL 25-12の混合物を含んでなる。これらの柔軟剤系は、約1：1～約10：1の範囲のグルカミド／エトキシ化アルコールの重量比を含んでなる。好ましくは、これらの柔軟剤系は約3：1～約6：1の範囲のグルカミド／エトキシ化アルコールの重量比を含んでなる。

C. 柔軟剤系によるティッシュペーパーの処理

紙ウエブは、製紙プロセスにおいて多数の異なる時期においてポリビドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系で処理することができる。一つの点は、紙繊維が仕上げ材として堆積されるとき、紙の最初に形成の間である。この方法は、典型的には

、「湿った末端」添加法と呼ばれる。「湿った末端」添加は、典型的には、ポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系を紙繊維の水性スラリーの中に混入することを含み、次いで前述したように、それらを成形長網上に仕上げ材として堆積し、次いでティッシュペーパーに加工する。

より長いアルキルまたはアルケニル鎖長のポリヒドロキシ脂肪酸アミド（例えば、 R^2 は C_{15} — C_{17} アルキルまたはアルケニル基である）は、「湿式添加」の間に紙繊維に十分に直接染色性であって繊維に接合し、こうして所望の柔軟化の利点を提供する。事実、これらのポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系で「湿った末端」添加法により紙ウェブを処理することができることは、「湿ったウェブ」

および「乾式ウェブ」添加法に関してさえ、利点を提供する。これらのポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤の「湿った末端」添加は、ティッシュのウェブの中に乾式引張強さを発生させ、そして以前の「湿った末端」添加の柔軟剤に比較して、引張強さの喪失が少ない。「湿った末端」添加は、また、特に「乾式ウェブ」添加に比較して、異なる種類の柔軟性を提供する。「乾式ウェブ」添加は表面の減摩性を提供する。比較により、「湿った末端」添加は脱結合のためにシートの柔軟性を提供する。

紙ウェブをポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系で処理できる他の点は、紙繊維を成形長網上に堆積した後で、処理したウェブを完全に乾燥する前である。これは、典型的には、添加の「湿ったウェブ」法と呼ばれる。紙は、また、完全にまたは実質的に完全に乾燥した後、処理することができる。これは、典型的には、添加の「乾式ウェブ」法と呼ばれる。「乾式ウェブ」法において、ポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤で処理する前に、ティッシュペーパーは通常約10%またはそれより低い、好ましくは約6%またはそれより低い、より好ましくは約3%またはそれより低い湿分を有する。商業的製紙系において、「乾式ウェブ」法によるポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤による処理は、通常、ティッシュペーパーがヤンキードライヤーにより乾燥され、次いでそれからクレープされた後に、実施される。

本発明による「湿ったウェブ」および「乾式ウェブ」法において、ティッシュ

ペーパーのウェブの少なくとも1つの表面をポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系で処理する。紙ウェブの表面に添加剤を適用するために適当な任意の方法を使用することができる。適当な方法は、スプレー、プリンティング（例えば、フレキソ印刷）、コーティング（例えば、グラビア印刷）、または適用技術の組み合わせ、例えば、回転表面、例えば、カレンダーロール、上に柔軟剤系をスプレーし、次いで柔軟剤を紙ウェブの表面に転写する。柔軟剤系は乾燥したティッシュ

ペーパーのウェブの一方の表面に、または両方の表面に適用することができる。例えば、パターン高密度化ティッシュペーパーの場合において、柔軟剤系はティッシュペーパーのウェブのより粗い、布帛側、より滑らかな、長網側、または両方の側に適用することができる。驚くべきことには、ポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系をティッシュペーパーのウェブのより滑らかな側にのみ適用したときでさえ、処理された紙はなお柔らかいと知覚される。

添加の「湿った末端」、「湿ったウェブ」、または「乾式ウェブ」法において、ポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系はティッシュペーパーのウェブの約0.1～約3重量%の量で適用される。好ましくは、柔軟剤系はティッシュペーパーのウェブの約0.1～約0.8重量%の量で適用される。ポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系は水性分散液または溶液として適用することができる。例えば、「湿った末端」添加の場合において、ポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系は、典型的には、仕上げ材として成形長網上にスラリーを堆積する直前に、水溶液としてスラリーに添加される；これは水溶液は、また、リバルバーまたは貯蔵容器に直接添加することができるであろう。これらの水性系は、典型的には、水およびポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤のみを含んでなるが、他の任意の成分を含むことができる。例えば、5%のN-ココイル、N-メチルグルカミド、5%のソルビタンモノステアレート、および0.5%の硫酸ナトリウム、および89.5%の水は、「湿った末端」添加のためにインジインミキサーの中に容易にポンピングすることができる安定な分散液を形成する。

このような水性系を配合するとき、ポリヒドロキシ脂肪酸アミドを有効量で水の中に分散または溶解される。水性系において「有効量」のポリヒドロキシ脂肪

酸アミドを構成するものは、多数の因子、例えば、使用する柔軟剤の種類、所望の柔軟化効果、適用方法などの因子に依存する。基本的には、ポリヒドロキシ脂肪酸アミドは、ポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤を水性系からティッシュペーパーのウェブに適用する能力に悪影響を及ぼさないで、有効な柔軟化を提供するために十分な量で存在することが必要である。例えば、比較的高い濃度のポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤は、普通のスプレー、プリントまたはコーティング装置によりティッシュペーパーのウェブに適用することが困難であるかまたは不可能であるように、分散液／溶液を粘性にすることがある。このような比較的低いレベルのポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤は、ティッシュペーパーに増強された柔軟性を付与するために適切であり、しかも、強度、吸収性、および特に湿潤性が実質的に影響を受けるような程度に、ティッシュペーパーのウェブの表面をコーティングしない。

「湿ったウェブ」および「乾式ウェブ」法において、柔軟剤系は均一なまたは不均一な方法でティッシュペーパーのウェブの表面に適用することができる。「不均一」とは、柔軟剤の量、分布のパターンなどが紙表面にわたって変化できること意味する。例えば、ティッシュペーパーのウェブの表面のある部分は、より大きいまたはより少ない量の柔軟剤を有することができ、その上に柔軟剤をもたない表面の部分を含む。ティッシュペーパーのウェブ上の柔軟剤の不均一性は、大きい部分において、柔軟剤系をその表面に適用する方法のためである。例えば、柔軟剤系の水性分散液または溶液をスプレーする好ましい処理において、柔軟剤はティッシュペーパーのウェブの表面上の柔軟剤の液体粒子の規則的な、または典型的には不規則的な、パターンとして適用される。柔軟剤のこの不均一な適用は、また、ティッシュペーパーの強度および吸収性、特にその湿潤性、に対する実質的な悪影響を回避し、ならびにティッシュペーパーの有効な柔軟化を提供するための柔軟剤のレベルを減少すると考えられる。

添加の「乾式ウェブ」法において、ポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系は、ティッシュペーパーのウェブが乾燥された後、任意の点においてティッシュペーパーのウェブに適用することができる。例えば、ティッシュペーパーのウェブ

が

ヤンキードライヤーからクレープされた後であるが、カレンダー加工される前に、すなわち、カレンダーロールを通過する前に、柔軟剤系をティッシュペーパーのウェブに適用することができる。通常好ましくないが、ティッシュペーパーが親ロールから巻戻されるとき、かつより小さい、仕上げられた紙製品のロール上に巻取られる前に、柔軟剤系を、また、ティッシュペーパーに適用することができる。好ましくは、紙ウェブがこのようなカレンダーロールを通過した後、かつ親ロール上に巻取られる前に、柔軟剤系は紙ウェブに適用される。

図面は、ポリヒドロキシ脂肪酸アミドの柔軟剤系の水性分散液または溶液を乾燥ティッシュペーパーのウェブに適用する1つの方法を図解する。図面を参照すると、湿ったティッシュウェブ1は回転ロール2を過ぎるインプリンティング布帛14上を運ばれ、次いでヤンキードライヤー5（矢印5aで示す方向で回転する）に圧力ロール3により移され、その間インプリンティング布帛14は回転ロール16を過ぎて移動する。紙ウェブは、スプレーアプリケーター4から適用される接着剤により、ドライヤー5のシリンダー状表面に添加的に固定される。水蒸気加熱ドライヤー5および図示しない手段により加熱されかつ乾燥フード6を循環する熱空気により、乾燥は完結される。次いで、ウェブはドクターブレード7によりドライヤー5からクレープされ、次いでそれは乾燥されたクレープ紙シート15として表示されるようになる。

柔軟剤系の水性分散液または溶液は、紙シート15の一方または両方の側を柔軟剤で処理するかどうかに依存して、それぞれ、スプレーアプリケーター8および9により、上のカレンダーロール10および／または下のカレンダーロール11上にスプレーされる。柔軟剤の水性分散液または溶液は、スプレー装置8および9により、上のカレンダーロール10および／または下のカレンダーロール11の表面に液体粒子のパターンとして適用される。次いで、柔軟剤を含有するこれらの液体粒子は上のカレンダーロール10および／または下のカレンダーロ

ール11（矢印10aおよび11aで示す方向で回転する）により、紙シートの

上および／または下の表面に転写される。パターン高密度化紙の場合において、紙シート15の上表面は通常紙の粗い、布帛側に対応するが、下表面は紙の滑らかな、長網側に対応する。上のカレンダーロール10および／または下のカレンダーロール11は、柔軟剤の液体粒子のこのパターンを紙シート15の上および／または下の表面に適用する。次いで、柔軟剤で処理された紙シート15はリール12の周囲部分の上を通り、次いで親ロール13上に巻取られる。

図面に示す態様の1つの特定の利点は、上のカレンダーロール10および／または下のカレンダーロール11を加熱できるということである。カレンダーロール10および／または11を加熱することによって、柔軟剤の水性分散液または溶液の中の水の一部分は蒸発する。これは、液体粒子のパターンがより濃縮された量の柔軟剤系を含有することを意味する。その結果、ある量の柔軟剤をティッシュペーパーの表面に適用するが、水の量が少ないため、紙ウェブの内部に移動する傾向がない。

また、柔軟剤系はカレンダーロール10および11を通過した後、シート15に適用されることができる。この別の態様において、柔軟剤はシート15上に、水性分散液として、または、例えば、ホットメルトのスプレーにより、溶融物として適用されることができる。前述したように、柔軟剤系は、混合物の融点を低下させてホットメルトのスプレーを促進するための物質、例えば、エトキシ化脂肪酸アルコール、を含むことができる。

D. 柔軟化ティッシュペーパー

本発明に従い柔軟化されたティッシュペーパー、特に顔に使うティッシュおよびトイレットティッシュは、紙の一方または両方の表面に適用された柔軟剤のために、柔らかいかつベルベット様触感を有する。この柔軟性は、パネル・スコア・ユニット (Panel Score Units) (PSU) と呼ばれる

パネル・スコア・ユニット (Panel Score Units) (PSU) と呼ばれるもの得る主観的試験により評価することができ、ここで一群の訓練された柔軟性の判定者に複数の試料の対の相対的柔軟性を問う。データを対比較分析として知られている統計学的方法により分析する。この方法において、試料の対をまずそ

れ口体識別する。次いで、試料の対を各判定者が一度に判定する；各対の一方の試料をXと表示し、そして他方をYと表示する。簡単に述べると、X試料をその対のYに対して下記のように等級づける：

1. XおよびYが等しく柔らかい場合、ゼロの等級を与える。
2. XがYより少し柔らかいであろうと判定される場合、+1の等級を与え、そしてYがXより少し柔らかいであろうと判定される場合、-1の等級を与える。
3. XがYより確かに少し柔らかいと判定される場合、+2の等級を与え、そしてYがXより確かに少し柔らかいと判定される場合、-2の等級を与える。
4. XがYより非常に柔らかいと判定される場合、+3の等級を与え、そしてYがXより非常に柔らかいと判定される場合、-3の等級を与え、そして最後に、
5. XがYより完全に非常に柔らかいと判定される場合、+4の等級を与え、そしてYがXより完全に非常に柔らかいと判定される場合、-4の等級を与える。

次いで、すべての判定者およびすべての試料から得られるデータを対ごとに平均し、そしてそれらの等級に従う順序に配列する。次いで、どの試料がゼロ基準の標準であるように選択されるかのゼロPSU値を与えるために要求される値において、前記配列をシフトする。次いで、他方の試料は、ゼロ基準の標準に関するそれらの相対的等級により決定された、+または-値を有する。約0.2PSU

の差は、通常、主観的に感知される柔軟性の有意差を表す。非柔軟化ティッシュペーパーに関して、本発明に従い柔軟化されたティッシュペーパーは典型的には約0.5PSUまたはそれより大きい柔軟性を有する。

本発明の重要な面は、この柔軟性の増強を達成することができると同時に、ティッシュペーパーにおける所望の特性が、例えば、機械的加工（例えば、パルプの精製）を補償しおよび／または化学的添加剤（例えば、澱粉結合剤）の使用により、維持されることである。1つのこのような性質は、ティッシュペーパーの

合計の乾式引張強さである。本明細書において、「合計の引張強さ」は、試料の幅1インチについての縦方向および横方向の破断強度の合計を意味する。本発明に従い柔軟化されたティッシュペーパーは、典型的には、少なくとも約360 g/インチの合計の乾式引張強さを有し、典型的な範囲は単一層の顔に使う/トイレットティッシュについて約360~約450 g/インチであり、2層の顔に使う/トイレットティッシュについて約400~約500 g/インチであり、そしてタオル製品について約1000~1800 g/インチである。

本発明に従い柔軟化されたティッシュペーパーについて重要である他の性質は、その親水性により反映される、その吸収性または湿潤性である。ティッシュペーパーの親水性は、一般に、水で湿潤されるティッシュペーパーの傾向である。ティッシュペーパーの親水性は、多少、乾燥ティッシュペーパーが水で完全に湿潤するようになるために要求される時間を決定することによって、定量することができる。この時間は「湿潤」（または「沈降」）時間と呼ばれる。湿潤時間の一定しかつ反復可能な試験を提供するために、下記の手順を湿潤時間の決定に使用することができる：第1に、紙試料（紙試料を試験する環境条件は $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$ および $50 \pm 2\% \text{RH}$ 、TAPPI法T402により特定されているように）、ほぼ2.5インチ×3.0インチ（約6.4 cm×7.6 cm）を、コンディショニングした紙シートの8シートの厚い積み重ねから切断する；第2に、切断した

8シートの厚い積み重ねの試料を $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$ の2500 mlの蒸留水の表面上に配置し、そして試料の下部シートが水に接触すると同時にタイマーを始動させる；第3に、紙試料の湿潤が完結したとき、すなわち、試料の上部シートが完全に湿潤したとき、タイマーを停止しそして読む。完全な湿潤は視的に観察される。

ティッシュペーパーの好ましい親水性は、その意図する用途に依存する。種々の用途において使用されるティッシュペーパー、例えば、トイレットペーパー、は、比較的短時間に湿潤して、いったんトイレが水洗されたとき、詰まりを防止することが望ましい。好ましくは、湿潤時間は2分またはそれより短い。より好ましくは、湿潤時間は30秒またはそれより短い。最も好ましくは、湿潤時間は

10秒またはそれより短い。

ティッシュペーパーの親水性は、もちろん、製造直後に決定することができる。しかしながら、親水性の実質的な増加は、ティッシュペーパーの製造後の最初の2週間に、すなわち、紙を製造後2週老化させた後に、起こることがある。したがって、前述の湿潤時間は好ましくはこのような2週の期間後に測定される。したがって、2週の老化期間後に室温において測定した湿潤時間は「2週の湿潤時間」と呼ばれる。

本発明に従い柔軟化されたティッシュペーパーは、また、望ましくは比較的低いリント性質を有すべきである。本明細書において使用するとき、「けば(lint)」は、典型的には、紙表面に、接着しないか、またはゆるく接着した、ダスト様紙粒子を呼ぶ。けばの発生は、通常、ある量の紙繊維の脱結合、ならびに他の因子、例えば、繊維長さ、ヘッドボックスの冠形成など、の指示である。けばの形成を減少するために、本発明に従い柔軟化されたティッシュペーパーは、典型的には、この出願の部Aに記載したように、製紙用繊維への澱粉結合剤の添加を必要とする。

前述したように、本発明はパターン高密化ティッシュペーパー、特にパターンのデザインを有するもの、の柔軟性を増強するとき特に有用である。これらのパターン高密化紙は、典型的には、比較的低い密度 (g/cc) および比較的低い基本重量 (g/cm^2) により特徴づけられる。本発明によるパターン高密化ティッシュペーパーは、典型的には、約 0.6 g/cc またはそれより低い密度、および約 $10 \text{ g/m}^2 \sim 65 \text{ g/m}^2$ の基本重量を有する。好ましくは、これらのパターン高密化紙は約 0.3 g/cc またはそれより低い（最も好ましくは約 $0.04 \text{ g/cc} \sim 0.2 \text{ g/cc}$ ）の密度、および約 40 g/m^2 またはそれより低い基本重量を有する。参照、米国特許第5,059,282号 (Ampulski et al.)、1991年10月22日発行、の第13列、第61～67行、これは紙の密度の測定方法を記載している。

本発明に従い柔軟化されたティッシュペーパーの製造の特定の例示

本発明による紙

下記は本発明によるティッシュペーパーの柔軟性の特定の例示である：

実施例 1

A. 柔軟剤系の水性分散液の製造

50 g の N-ココイル，N-メチル，グルカミドを 50 g のソルビタンモノステアレートおよび 5 g の硫酸ナトリウムを混合し、そして蒸留水で 1000 g に希釈することによって、グルカミド柔軟剤系の水性分散液を製造する。材料が溶液の中に分散するまで、この混合物を約 180°F (82℃) に加熱し、次いで室温に放冷する。

B. 柔軟剤系の水性分散液によるティッシュペーパーの処理

パイロット規模のフォードリニエ製紙機を使用する。この製紙機は、上部のチャンバー、中央のチャンバー、および底部のチャンバーをもつ層状ヘッドボックスを有する。短い製紙用繊維（ユーカリの硬木クラフト）から主として構成される第 1 の繊維のスラリーを、上部および下部のヘッドボックスのチャンバーを通

してポンピングする。同時に、長い製紙用繊維（ノーザン軟材クラフト）から主として構成される第 2 の繊維のスラリーを、中央のチャンバーを通してポンピングし、そして重なった関係でフォードリニエ長網上に送出して 3 層の発生初期のウェブを形成する。第 1 スラリーは約 0.11% の繊維のコンシステンシーを有するが、第 2 スラリーは約 0.15% の繊維のコンシステンシーを有する。この発生初期のウェブをフォードリニエ長網（それぞれ、84 本の縦方向および 76 本の横方向のモノフィラメント/インチを有する、5 シェド (shed) のサテン織の立体配置）を通して脱水し、脱水を転向装置および真空ボックスにより促進する。

湿った発生初期のウェブをフォードリニエ長網からキャリヤー布帛に移し、このキャリヤー布帛は米国特許第 4,637,859 号の第 10 図に示されているものに類似するが、キャリヤー布帛の規則的なマイクロパターン上に重ねられたバラの花弁の美的に快いマクロパターンを有する。キャリヤー布帛へ移す時点において、ウェブは約 22% の繊維のコンシステンシーを有する。湿ったウェブはキャリヤー布帛により真空脱水ボックスを過ぎて、ブロースルー予備乾燥装置

を通して動かされ、次いでヤンキードライヤー上に移される。ウェブは、真空脱水後約27%、そして予備乾燥装置後かつヤンキードライヤー上への移送前に約65%の繊維のコンシステンシーを有する。

ドライヤーの表面に適用されるポリビニルアルコールの0.25%の水溶液を含んでなるクレーピング添加剤により、ウェブはヤンキードライヤーの表面に添加される。ヤンキードライヤーは約177℃の温度および約244m/分の表面速度で作動する。次いで、約24°のベベル角度を有しそしてドライヤーに関して約83°の衝撃角度を形成するように位置するドクターブレードで、乾燥されたウェブをヤンキードライヤーからクレープする。クレーピングの前に、乾燥されたウェブの繊維のコンシステンシーは推定値99%に増加される。

次いで、ロール重量によりバイアスされ、201m/分の表面速度で作動するカレンダーロールの対の間を、乾燥しクレープされたウェブ（1%の湿分）を通過させる。約10cmのノズル間の間隔で線状に整列された4本の直径0.71mmのスプレーノズルにより、前に製造した柔軟剤系の水性分散液で、下の硬質ゴムのカレンダーロールをスプレーする。各ノズルを通る柔軟剤の水性分散液の体積流れは、約0.37リットル/分/横方向メートルである。柔軟剤系の水性分散液をこの下のカレンダーロール上に液体粒子のパターンとしてスプレーし、次いでこのパターンは直接圧力転写により乾燥しクレープされたウェブの滑らかな長網側に転写される。乾燥されたウェブ上の柔軟剤の保持割合は、一般に、約67%である。生ずる柔軟化されたティッシュペーパーは約30g/m²の基本重量、約0.10g/ccの密度、および乾燥紙の約0.6重量%の柔軟剤（50%のグルカミドおよび50%のソルビタンモノステアレート）を有する。

実施例2

A. 柔軟剤溶液物の製造

3/1の重量比のN-バルミチル、N-メトキシプロピルグルカミドおよびNedol 25-12（シュル・ケミカル・カンパニーによるエトキシ化C₁₂-C₁₃分枝鎖状アルコールの界面活性剤）の混合物を、材料を容器の中に秤量して入れ、そして約150F（66℃）に加熱することによって製造する。

B. 柔軟剤溶融物によるティッシュペーパーの処理

カレンダーロール通過後に乾燥ウェブに柔軟剤系を適用する以外、実施例1におけるのと同様の製紙機および手順を使用して柔軟化ティッシュペーパーを製造する。2つのノズルを装備した、加熱された空気加圧容器内に、柔軟剤溶融物が含有されてなる。ノズルを調節して、溶融された柔軟剤を微細なミストとして、ウェブの幅を横切って十分に均一にスプレーする。柔軟剤の添加量は、紙の乾燥重量に基づいて0.1%~0.8%である。

実施例3

A. 柔軟剤分散液の製造

10gのN-パルミチル、N-メトキシプロピル、グルカミドを990gの蒸留水と混合することによって、グルカミド柔軟剤の水性分散液を製造する。柔軟剤が溶液の中に分散するまで、この混合物を約180°F(82℃)に加熱し、次いで室温に放冷する。

B. 柔軟剤の湿った末端添加

インラインミキサーを通してヘッドボックスを形成するの前に、層状ヘッドボックスの上部および下部のチャンバーに向けられるパルプのスラリーの一部分の中に、グルカミド柔軟剤の1%の分散液をポンピングする。次いで、グルカミド柔軟剤を含有する繊維の水性スラリーを仕上げ材としてフォードリニエ長網上に堆積し、そして実施例1に記載する製紙機を使用して柔軟化ティッシュペーパーに加工する。

【図1】

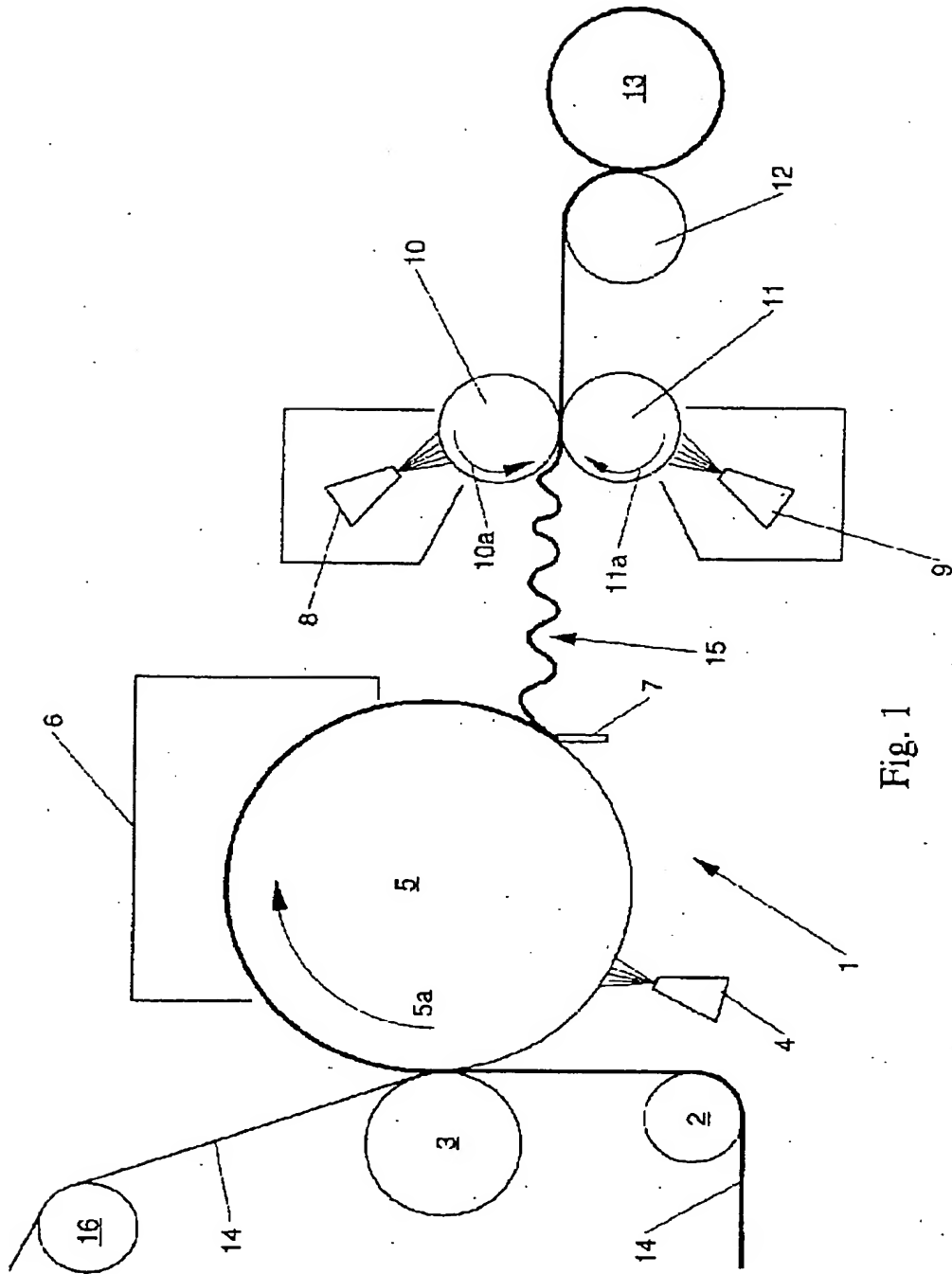


Fig. 1

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
PCT/US 94/13675

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 6 D21H17/07 D21H21/24		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 6 D21H		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US,A,4 786 367 (L.BOGART ET AL) 22 November 1988 see claims 1,2	1-6
A	US,A,3 025 323 (J.K.ROSE ET AL) 13 March 1962 see column 1, line 27 - line 42	1-6
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another claim or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "Z" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 27 March 1995		Date of mailing of the international search report 05.04.95
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 1 NL - 2380 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Telex 31 65: epcnl, Fax (+31-70) 340-3016		Authorized officer Fouquier, J-P

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No.

PCT/US 94/13675

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US-A-4786367	22-11-88	NONE	
US-A-3025323	13-03-62	NONE	

フロントページの続き

(81)指定国 EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AP(KE, MW, SD, SZ), AM, AU, BB, BG, BR, BY, CA, CN, CZ, EE, GE, HU, JP, KG, KP, KR, KZ, LK, LR, LT, LV, MD, MG, MN, NO, NZ, PL, RO, RU, SI, SK, TJ, TT, UA, UZ, VN

(72)発明者 ジャイベル、ジェフリー ジョン
アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、
バクストン、レイン、10400



US5354425

Biblio

Desc

Claims

Page 1

Drawing



Tissue paper treated with polyhydroxy fatty acid amide softener systems that are biodegradable

Patent Number: ☐ US5354425

Publication date: 1994-10-11

Inventor(s): MACKAY LARRY N (US); FERERSHTEHKHOU SAEED (US); SCHEIBEL JEFFREY J (US)

Applicant(s): PROCTER & GAMBLE (US)

Requested Patent: ☐ WO9516823

Application Number: US19930165768 19931213

Priority Number (s): US19930165768 19931213

IPC


Classification: D21H21/22

EC

Classification: D21H21/24, D21H23/50Equivalents: AU1332095, CA2177036, DE69412135D, DE69412135T, ☐ EP0734473 (WO9516823), B1, ES2121339T, HK1013132, JP9506683T, SG52686

Abstract

Tissue papers, in particular pattern densified tissue papers, having an enhanced tactile sense of softness when treated with certain polyhydroxy fatty acid amide softener systems that are

biodegradable are disclosed. The polyhydroxy fatty acid amides have the formula:  wherein R1 is H, C1-C hydrocarbyl, 2-hydroxyethyl, 2-hydroxypropyl, methoxyethyl, methoxypropyl or a mixture thereof; R2 is a C5-C31 hydrocarbyl group; and Z is a polyhydroxyhydrocarbyl moiety having a linear hydrocarbyl chain with at least 3 hydroxyls directly connected to the chain.

Data supplied from the esp@cenet database - I2